

(19) 日本国特許庁 (J P)      (12) 公開特許公報 (A)      (11) 特許出願公開番号  
 特開2001-35842  
 (P2001-35842A)  
 (43) 公開日 平成13年2月9日 (2001.2.9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
H 0 1 L 21/31		H 0 1 L 21/31	B 4 K 0 3 0
C 2 3 C 16/40		C 2 3 C 16/40	5 F 0 3 8
	16/44	16/44	J 5 F 0 4 5
H 0 1 L 21/316		H 0 1 L 21/316	X 5 F 0 5 8
27/04		27/04	C 5 F 0 8 3
審査請求 未請求 請求項の数27 O L (全 11 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号	特願平11-204723	(71) 出願人	000002185 ソニー株式会社 東京都品川区北品川6丁目7番35号
(22) 出願日	平成11年7月19日 (1999.7.19)	(72) 発明者	堀内 悟志 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内
		最終頁に続く	

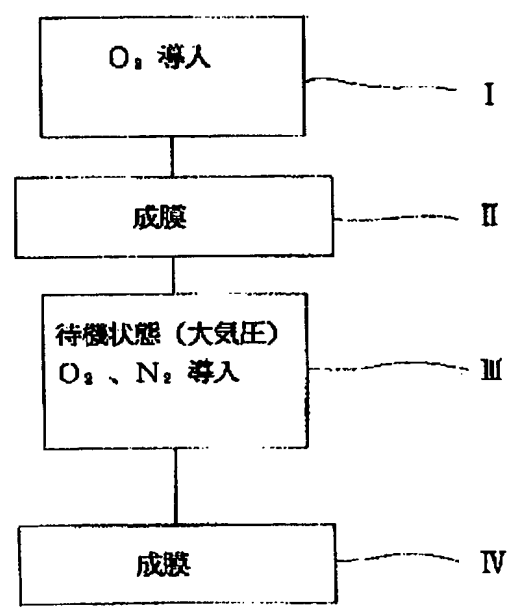
(54) 【発明の名称】 CVD装置及び半導体装置の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>等の成膜について、生産性を確保しつつ、成膜特性を改善して製品における特性のばらつきを抑制できるCVD装置及び半導体装置の製造方法を提供する。

【解決手段】 (1) 減圧下でTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>等の高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、①装置の作業時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持し②成膜の工程の前に、反応室の内表面に付着している堆積物に、該堆積物から脱離した物質を供給し③成膜の工程の前に、O<sub>2</sub>を供給し(2)上記①～③の装置で、半導体装置を得る半導体装置の製造方法。

好ましい実施の形態



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、装置の作業時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とするCVD装置。

【請求項 2】 上記反応室を大気圧に維持するために、反応室に酸素を導入することを特徴とする請求項 1 に記載のCVD装置。

【請求項 3】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 1 に記載のCVD装置。

【請求項 4】 減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、該成膜の工程の前に、反応室内の表面に付着している堆積物に、該堆積物から脱離した物質を供給することを特徴とするCVD装置。

【請求項 5】 上記供給する物質が酸素であることを特徴とする請求項 4 に記載のCVD装置。

【請求項 6】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 4 に記載のCVD装置。

【請求項 7】 減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、該成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入することを特徴とするCVD装置。

【請求項 8】 上記酸素を含むガスの反応室内への導入は、被成膜基体を反応室に挿入した後に行うことを特徴とする請求項 7 に記載のCVD装置。

【請求項 9】 上記酸素を含むガスの反応室内への導入は、被成膜基体を反応室に挿入して該被成膜基体の温度を安定させるときに行うことを特徴とする請求項 7 に記載のCVD装置。

【請求項 10】 上記酸素を含むガスの反応室内への導入は、5分以上120分以内で行うことを特徴とする請求項 7 に記載のCVD装置。

【請求項 11】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 7 に記載のCVD装置。

【請求項 12】 減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、該成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入するとともに、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とするCVD装置。

【請求項 13】 上記反応室を大気圧に維持するために、反応室に酸素を導入することを特徴とする請求項 12 に記載のCVD装置。

【請求項 14】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 12 に記載のCVD装置。

【請求項 15】 ホットウォールタイプのCVD装置を

用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、

上記CVD装置は、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とする半導体装置の製造方法。

【請求項 16】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 15 に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項 17】 ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、

該CVD装置による成膜の工程の前に、反応室内の表面に付着している堆積物に、該堆積物から脱離した物質を供給することを特徴とする半導体装置の製造方法。

【請求項 18】 上記供給する物質が酸素であることを特徴とする請求項 17 に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項 19】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 17 に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項 20】 ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、

該CVD装置による成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入することを特徴とする半導体装置の製造方法。

【請求項 21】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 20 に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項 22】 ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、

該CVD装置による成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入するとともに、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とする半導体装置の製造方法。

【請求項 23】 上記反応室を大気圧に維持するために、反応室に酸素を導入することを特徴とする請求項 22 に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項 24】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの酸化物であることを特徴とする請求項 22 に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項 25】 ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、

被成膜基体をCVD装置の反応室に挿入する工程の前に、反応室内の表面を覆うように高融点金属の酸化物を成膜する工程を行い、その後該反応室内の成膜原料ガスを排気し、被成膜基体を該反応室に挿入することを特徴とする半導体装置の製造方法。

【請求項 26】 上記高融点金属の酸化物がタンタルの

酸化物であることを特徴とする請求項25に記載の半導体装置の製造方法。

【請求項27】 上記反応室内の表面を覆うように高融点金属の酸化物を成膜する工程を、被成膜基体を該反応室に挿入する搬送ポート内に装填する工程のときに行うことを特徴とする請求項25に記載の半導体装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、CVD装置及び半導体装置の製造方法に関する。本発明は特に、高融点金属の酸化物を成膜するCVD装置、及び高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、生産性を確保しつつ、成膜特性を改善して製品における特性のばらつき抑制を可能とした技術を提供するものである。

【0002】

【従来の技術】従来より、たとえばDRAM（ダイナミックメモリ素子：dynamic Random Access Memory）をはじめとするLSI等において、その容量素子用の誘電体として、シリコン窒化膜（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ 等）、あるいは酸化シリコン膜（ $\text{SiO}_2$ 等）が用いられている。近年、半導体装置の高集積化に伴い、容量素子が半導体装置内で占めることができる面積も減少する方向にある。その一方で、対絶縁性や、ソフテナー耐性等の信頼性を維持するためには、容量値はむしろ増大することが求められている。容量素子の占有面積を制限しつつ容量値を確保するためには、容量素子を形成する誘電体膜として、より高い誘電特性を持つ材料を使用することが有効である。このような高誘電体膜として、高誘電率である高融点金属の酸化物を用いる技術が、開発されて来ている。代表的には、タンタルの酸化物であり、具体的には特に $\text{Ta}_2\text{O}_5$ （5酸化2タンタル：Tantalum Penta Oxide）について、その薄膜を誘電体膜とすることが開発されている。

【0003】各材料の誘電率は、下記のとおりである。

$\text{SiO}_2$ ：～3.9～

$\text{Si}_3\text{N}_4$ ：～7～

$\text{Ta}_2\text{O}_5$ ：～25～

$\text{Ta}_2\text{O}_5$  が特に高誘電率であることがわかる。

【0004】また最近では、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜をMOSトランジスタのゲート絶縁膜として採用する技術の開発も進められており、今後、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜はますます有用な材料として注目されるものとなる。

【0005】 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜の形成技術としては、スパッタ法、CVD（化学的気相成長：Chemical Vapor Deposition）法、ゾル・ゲル法等が検討されている。現状では熱反応による減圧CVD法が多く採用されており、その製造装置としては、バ

ッチ式装置と、枚葉式装置とが開発されている。

【0006】バッチ式装置は、一度に複数の被処理体（基板等）を処理できることから、生産性に優れ、広く用いられている。バッチ式装置は複数の被処理体（基板等）を同時に処理する特性上、薄膜形成に大きな影響を与える反応室内の温度が、均一で安定になる領域を広く具備する必要がある。このため、バッチ式CVD装置は、被処理体である基板等を加熱する方式として、抵抗加熱ヒーターによる輻射加熱方式が広く採用されており、よって自ずと、反応室内が一様に加熱されるホットウォールタイプの装置が用いられることになる。本明細書中、「ホットウォールタイプ」とは、反応室等の処理室を外部から抵抗加熱ヒーター等の加熱手段で加熱して所望の温度にすることにより、処理室内の温度をできるだけ広い領域で、均一で安定にする型式のものを言う。

【0007】 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜の形成技術においては、縦型バッチ式減圧CVD装置が開発されている。近年のCVD装置には、被処理体（基板等）の搬送系に、ロードロック室を具備した構造が多く採用されている。これは、被処理体（基板等）の搬送時に反応室内への空気の巻き込みによる水分や有機物等の混入を防止するための構造である。この種のCVD装置にあっては、従来、作業と作業との合間の装置待機状態においては、反応室内は減圧下に保持されている。

【0008】ところが、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜を形成する減圧CVD装置では、このように待機時に反応室内を減圧下に保持することにより、待機後の成膜特性が変化するという問題が生じている。具体的には、装置を待機保持させた後の作業で、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜の成膜速度が変動するという問題がある。これは $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜の堆積（Depo）レートが変動することによると考えられる。また、被処理体である基板等において、面内膜厚均一性が悪化するという現象が見られる。

【0009】これらの現象はいずれも、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜の膜厚ばらつきを大きくする方向に作用し、したがって $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜を用いる製品の特性変動を生じせしめる傾向をもたらす。たとえば $\text{Ta}_2\text{O}_5$  薄膜を誘電体膜として使用する容量素子について言えば、該容量素子自体の特性変動を誘発することになる。

【0010】従来技術では上記問題点への対策として、装置の作業時間が空いたときは、成膜特性安定のための作業を特に行っている。しかし通常、バッチ式減圧CVD装置での成膜作業は時間がかかり、成膜特性安定のための作業にも多大な時間を要することになる。すなわち、バッチ式減圧CVD装置での成膜作業は通常2時間から4時間程度かかるため、上記の対策は生産性を悪化させる。また装置放置の許容時間が不明確であり、運用が困難である。

【0011】以下図面を参照して、従来技術について具体的に説明するとともに、上記した問題点について、さ

らに説明する。図6を参照する。図6は、一般的なバッチ式縦型減圧CVD装置の構造例を示すものである。これはTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜を形成する半導体製造装置として用いることができる、縦型の反応室を具備するバッチ式減圧CVD装置である。この構造は、同時に複数の基板を処理することができ、かつ装置の専有面積が小さいという特長を有する。

【0012】縦型減圧CVD装置1は、減圧下で基板に薄膜形成を行う反応室2を備えており、この反応室2へ反応ガス等を供給するガス供給系と、反応室2内のガスを排気する排気系4と、さらに基板5を搬送する搬送系6を備えて構成されている。所望のTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜を形成すべき基板5は、搬送ポート7により反応室2内に挿入される。反応室2内での基板5の加熱は、反応室2の周囲を取り囲む抵抗加熱ヒーター8の輻射熱により行われる。さらにこの構造例では、反応室2の前段に、ロードロック室9を具備している。特に、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜の形成は表面反応であることから、制御性良く薄膜形成を行うためには、バッチ式に限らず、ロードロック室を備えることがとりわけ好ましい。

【0013】上記従来構造のTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>CVD装置1における成膜特性は、連続成膜を行う限りは、安定した成膜再現性を示し、かつ、良好な面内膜厚均一性が得られる。しかし、成膜作業を一時的に中止し、装置に待機時間ができると、その後の最初の成膜作業で、成膜特性が変化するという問題が生じる。具体的には、堆積速度の低下による成膜再現性の悪化と、基板内膜厚均一性が悪化する現象である。これらのことはともに、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜の膜質均一性を悪化させ、最終的に形成される容量素子当の特性の集中性を悪化させるものである。

【0014】従来技術の実例として、図6に示す構造のCVD装置によりTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜を形成した場合の成膜特性を図8に示す。これは3回の連続成膜を1サイクルとし、およそ10時間の装置待機時間をおいて繰り返し3サイクル行っただきの成膜特性である。図8(a)に各成膜におけるDepo Rate（堆積速度）を示し、図8(b)に各成膜における基板内膜厚均一性を示す。1-1、1-2、1-3は、条件1において3回の連続成膜を行って1サイクルとした場合の各成膜を示し、2-1、2-2、2-3は、次のサイクルでの条件において、3-1、3-2、3-3は、さらに次のサイクルでの条件において各3回行った各成膜を示す。

【0015】Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜の形成は、反応ガスとしてTa供給源であるペンタエトキシタantalum（Penta Et ox i Tantalum; Ta (OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub>）と酸素を使用して、以下の条件で行った。

温度 : 420℃

真空度 : 40Pa

Ta (OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>5</sub> 流量 : 0.1SCCM

酸素流量 : 1.0SLM

【0016】本評価では、搬送ポート内の基板セット位置に依存する成膜特性ばらつきを考慮して、評価基板は搬送ポート内に複数セットした図8のグラフは、Depo Rate（堆積速度）または基板内膜厚均一性の平均値を補間曲線で結び、幅は最大値と最小値を示すものである。図8から理解できるように、装置待機後の最初の作業（1-1、2-1、3-1のデータ参照）ではDepo Rate（堆積速度）が大幅に低下し、かつ面内膜厚均一性が著しく悪化していることがわかる。

【0017】

【発明が解決しようとする課題】上記のように従来技術にあっては、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜の形成について、特に装置を待機保持させた後に、成膜速度の変動変動等が生じ、成膜特性が安定せず、このため膜厚ばらつきが生じて製品の特性変動をもたらすおそれがあるという問題点がある。かつ、この問題に対する従来の対策は、生産性の低下や運用の困難性という難点を有するものであった。

【0018】この問題は、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜の形成に限らず、その他高融点金属系物質等を成膜するこの種のCVD装置について、共通して解決すべき課題となることである。

【0019】本発明は、上述した事情に鑑みてなされたもので、生産性を確保しつつ、成膜特性を改善して製品における特性のばらつき（たとえば製品における容量素子の特性のばらつき）の抑制を可能とし、製品の特性の集中性を向上できるCVD装置及び半導体装置の製造方法を提供することを目的とする。

【0020】

【課題を解決するための手段】本発明に係るCVD装置は、減圧下で高融点金属の酸化物（たとえばTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>）を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、装置の作業時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とするものである。

【0021】ここで「装置の作業時以外の待機状態」とは、成膜作業や、クリーニングや保守作業等、CVD装置について何らかの作業を行う場合以外の、装置の作動を止めている状態を称する。かかる待機状態は、装置をフル稼働する場合以外は不可避免的に生じる。人員体制や、工場の都合などで、通常は装置をフル稼働することは少なく、待機状態は一般に必ずあると言える。

【0022】この発明は、本発明者による次の知見に基づいて、なされたものである。すなわち、前記説明した図8に示すように、装置待機後の最初の作業ではDepo Rate（堆積速度）の大幅な低下、及び面内膜厚均一性の著しい悪化が見られたわけであるが、このように装置待機後に連続成膜を行う場合、最初の作業と2回目以降の作業との相違点は、成膜までの装置待機と考えられる。

【0023】ここで、一般的な減圧Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>CVD装置の待機状態を考察すると、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>CVDは先述の

ように表面反応であるため、安定した成膜特性を得るためには、反応室への大気の混入を抑制することが望まれる。そのため、 $Ta_2O_5$  薄膜を形成する減圧CVD装置は、一般的にロードロック室を具備しており、装置の待機状態においては反応室内を減圧下に保持している。ここで、図8のグラフに示されたような問題点は、反応室内を減圧下に保持していることに由来するという考えかたに立って、上記発明をなしたものである。

【0024】すなわちこの発明によると、装置待機後の作業では、最初の作業についてもDepo Rate（堆積速度）の低下はみられず、面内膜厚均一性も悪化しない。この発明の作用は必ずしも明らかではないが、ホットウォールタイプのCVD装置では、成膜作業時に反応室の内表面に反応ガスが吸着し、従来のCVD装置の減圧下に保持した待機状態においては、この吸着した反応物が脱離することで、この減圧下に保持した時間によって炉内雰囲気安定せず、これが上述した問題点を引き起こしていたと考えられ、これに対し、本発明では待機状態時に反応室を大気圧に維持するのでそのような吸着物の脱離は抑制され、問題が解決されたと考えられる。この発明の実際の作用効果、及び機構の考察については、後記の実施の形態例1の説明において詳しく述べる。

【0025】他の発明に係るCVD装置は、減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、該成膜の工程の前に、反応室の内表面に付着している堆積物に、該堆積物から脱離した物質を供給することを特徴とするものである。

【0026】この発明は、ホットウォールタイプのCVD装置で反応室の内表面に堆積した堆積物が、該堆積物から脱離した物質があることにより不安定となり、次の成膜作業で反応ガスを反応室内に導入した時、脱離した物質に応じて反応ガスの一部が反応室の内表面に吸着し、よってウェーハ等への供給量変動し、それが従来技術の問題点を引き起こすという考えかたに立って、成膜作業の前に該堆積物から脱離した物質を供給することにより、従来技術の問題点を解決するものである。この発明の実際の作用効果、及び機構の考察については、後記の実施の形態例2の説明において詳しく述べる。

【0027】さらに他の発明に係るCVD装置は、減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、該成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入することを特徴とするものである。

【0028】この発明においては、ホットウォールタイプのCVD装置で反応室の内表面に堆積した堆積物が、該堆積物から酸素が脱離したことにより不安定となり、それが従来技術の問題点を引き起こすという考えかたに立って、該堆積物に酸素を供給することにより、従来技術の問題点を解決するものである。この発明の実際の作

用効果、及び機構の考察については、後記の実施の形態例2の説明において詳しく述べる。

【0029】さらにまた他の発明に係るCVD装置は、減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する減圧下で高融点金属の酸化物を成膜するホットウォールタイプのCVD装置において、該成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入するとともに、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とするものである。

【0030】この発明は、成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入する前記発明と、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持する前記発明とを組み合わせ、双方の効果を得るようにしたものといえることができる。

【0031】本発明に係る半導体装置の製造方法は、ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、上記CVD装置は、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とするものである。

【0032】この発明によれば、成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入する前記発明に係るCVD装置により、安定した特性の半導体装置を得ることができる。

【0033】本発明に係る他の半導体装置の製造方法は、ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、該CVD装置による成膜の工程の前に、反応室の内表面に付着している堆積物に、該堆積物から脱離した物質を供給することを特徴とするものである。

【0034】この発明によれば、成膜の工程の前に、反応室の内表面に付着している堆積物に、該堆積物から脱離した物質を供給する前記発明に係るCVD装置により、安定した特性の半導体装置を得ることができる。

【0035】本発明に係るさらに他の半導体装置の製造方法は、ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、該CVD装置による成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入することを特徴とするものである。

【0036】この発明によれば、成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入する前記発明に係るCVD装置により、安定した特性の半導体装置を得ることができる。

【0037】本発明に係るさらにまた他の半導体装置の製造方法は、ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、該CVD装置による成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入する

とともに、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持することを特徴とするものである。

【0038】この発明によれば、成膜の工程の前に、反応室内に酸素を含むガスを導入するとともに、装置の作動時以外の待機状態時に反応室を大気圧に維持する前記発明に係るCVD装置により、安定した特性の半導体装置を得ることができる。

【0039】本発明に係るさらにまた他の半導体装置の製造方法は、ホットウォールタイプのCVD装置を用いて減圧下で高融点金属の酸化物を成膜する工程を有する半導体装置の製造方法において、被成膜基体をCVD装置の反応室に挿入する工程の前に、反応室の内表面を覆うように高融点金属の酸化物を成膜する工程を行い、その後該反応室内の成膜原料ガスを排気し、被成膜基体を該反応室に挿入することを特徴とするものである。

【0040】この発明は、上記反応室の内表面を覆うように高融点金属の酸化物を成膜する工程を、被成膜基体を該反応室に挿入する搬送ポート内に装填する工程のときに行うように構成して、生産効率を高めるようにすることができる。

【0041】なお特開平10-50686号公報には、CVD装置のクリーニング方法として、O<sub>2</sub> ガス等を導入する技術が記載されているが、これはクリーニング手段としてO<sub>2</sub> ガス等を導入するものであり、ホットウォールタイプのCVD装置の上記問題点を解決するものではない。

【0042】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態についてさらに説明し、また、図面を参照して本発明の好ましい実施の形態例を説明する。但し当然のことではあるが、本発明は以下の説明及び図示の形態例により限定を受けるものではない。

【0043】具体的な実施の形態例の説明に先立ち、本発明の好ましい形態を、図1ないし図3を参照して説明する。

【0044】図1は、CVD装置の反応室に、酸素O<sub>2</sub>の導入Iを、成膜IIに先立って行い、その後成膜IIを行い、待機状態IIIにおいては、酸素O<sub>2</sub>または窒素N<sub>2</sub>などを導入して反応室を大気圧状態にする。適宜、次の成膜IVを行う形態である。これは、次に述べる図2に示した例と、図3に示した例の構成とを兼ね備えた形態ということができる。このような形態をとる例として、実施の形態例3を後に示す。

【0045】最も好ましい実施の形態としては、反応室に基板を搬入し、真空引きを行い、酸素の単独導入及び温度安定を行い、反応ガスを導入して成膜工程を行い、その後反応ガスの排気（真空引き）を行い、反応室からの基板の搬出を行うとともに、装置待機状態では酸素で大気圧保持する形態例を挙げることができる。

【0046】図2は、CVD装置の反応室に、成膜II

の後の待機状態IIIにおいては、酸素O<sub>2</sub>または窒素N<sub>2</sub>などを導入して反応室を大気圧状態にし、適宜、次の成膜IVを行う形態である。このような形態をとる例として、実施の形態例1を後に示す。

【0047】この場合の好ましい実施の形態としては、反応室に基板を搬入し、真空引き及び温度安定を行い（おおよそ30～60分）、反応ガスの導入すなわちこの場合好ましくは成膜用の原料ガス及び酸素（または窒素）を導入して成膜工程を行い、その後反応ガスの排気（真空引き）を行い、反応室からの基板の搬出を行うとともに、装置待機状態では窒素（または酸素等）で大気圧保持する形態例を挙げることができる。

【0048】図3は、CVD装置の反応室に、酸素O<sub>2</sub>の導入Iを、成膜IIに先立って行い、その後成膜IIを行う形態である。このような形態をとる例として、実施の形態例2を後に示す。

【0049】この場合の好ましい実施の形態としては、反応室に基板を搬入し、真空引きを行い、酸素の単独導入及び温度安定を行い、反応ガスを導入して成膜工程を行い、その後反応ガスの排気（真空引き）を行い、反応室からの基板の搬出を行うとともに、装置待機状態では減圧保持する形態例を挙げることができる。

【0050】以下具体的な実施の形態例について、その構成及び作用の考察を交えて、説明するものとする。

【0051】実施の形態例1

この実施の形態例は、半導体装置の製造において、その容量素子の誘電体としてTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜を形成する場合について、図2に示した形態で本発明を適用したものである。

【0052】すなわち本例では、具体的に用いるCVD装置としては前記説明した図6に示した装置を用い、前記説明した従来技術における同様の操作を行ったが、ただしここでは本発明を適用して、装置の待機状態のときには、N<sub>2</sub>を導入して、反応室内を大気圧に保持した。

【0053】この場合の成膜特性を図4に示す。図4は、前記説明した従来技術の成膜特性を示す図8に対応するものである。すなわちここでも前記と同様に、図6に示す構造のCVD装置によりTa<sub>2</sub>O<sub>5</sub>薄膜を形成する場合に、3回の連続成膜を1サイクルとし、およそ10時間の装置待機時間において繰り返し3サイクルの成膜を行うとともに、該装置待機時間においては、本発明を適用して、反応室内を大気圧に保持した。このときの成膜特性として、図4（a）に各成膜におけるDepo Rate（堆積速度）を示し、図4（b）に各成膜における基板内膜厚均一性を示す。4-1～3、5-1～3、6-1～3は、それぞれ前述の1-1～3、2-1～3、3-1～3と対応し、前述の従来技術では装置待機時は反応室内を減圧保持したのに対し、ここでは装置待機時に反応室内を大気圧に保持したという以外につい

ては、 $Ta_2O_5$  薄膜形成ガス、形成条件等、すべて同様の条件として実施し、評価したものである。

【0054】図4に示すように、堆積速度についても、基板内膜厚均一性についても、顕著に改善が見られている。特に、装置待機後の最初の作業（4-1, 5-1, 6-1のデータ参照）での堆積速度及び基板内膜厚均一性が、やや特性変動が見られるものの、図8に示した従来技術のデータに比して、極めて改善がなされていることがわかる。

【0055】この効果は、装置の待機状態を大気圧下におくことで得られる結果であり、導入するガスは $N_2$ に限られるものではなく、その他のガスでも良く、たとえば後記実施の形態例3では、装置の待機時に導入するガスとして $O_2$ を用いて大気圧状態とすることで、良好な結果を得ている。

#### 【0056】実施の形態例2

この実施の形態例は、同様に半導体装置の製造において、その容量素子の誘電体として $Ta_2O_5$  薄膜を形成する場合について、図3に示した形態で本発明を適用したものである。すなわちここでは、 $Ta_2O_5$  薄膜成膜前に、 $O_2$ を反応室に導入する。ここでは大気圧状態までは導入せず、ある程度の低圧状態を保って実施した。たとえば200Pa程度以下で実施することができ、この場合、200~40Pa程度で実施することができる。

【0057】本発明のこの形態は、実施の形態例で成膜特性に大きな改善が見られたが、なおかつ待機後の最初の作業で成膜特性に変動が見られることに鑑み、そのメカニズムを考察することにより、導かれたものである。以下、このような背景の考察について、まず述べる。

【0058】CVD装置における薄膜形成において、装置放置後に堆積速度が変動し、かつ基板内膜厚均一性が悪化する要因を考える。その2つの現象が同時に現れる要因として、反応ガスの基板への供給量の変動が考えられる。すなわち、基板への反応ガスの供給量が、低下したことが要因となることが考えられる。現状で、 $Ta_2O_5$  薄膜を形成するCVD装置は、主にDRAMに搭載される容量素子の誘電体膜を形成する目的で開発されている。DRAMでは、基板内の容量素子が占有する面積を縮小しつつ、容量値を増大させるために、トレンチ型やスタック型に代表される3次元構造により、容量部の面積を確保している。このように被処理基板の表面は大きな段差を有する構造をなすため、誘電体膜である $Ta_2O_5$  薄膜の形成には高度な段差被覆性が要求される。そのため、減圧CVD装置の成膜条件は、供給律速領域にある。よって基板への反応ガスの供給量が変化することは、成膜特性に大きな影響を与えることを意味し、前記した問題点の想定原因として整合する。

【0059】基板への反応ガスの供給量が低下する原因として、反応室内に導入された反応ガスが基板以外部位

に吸着するということが考えられる。本実施の形態例で採用する形態は、このような現象に起因して、前述の問題が発生したという知見に立ってなされたものである。以下に具体的な内容を記す。

【0060】バッチ式減圧CVD装置の反応室は、一般に石英で造られている。装置の構造を単純化し、かつ反応室内の基板に対して反応ガスを均一に安定して供給するために、基板近傍で反応ガスに乱流や淀みが発生しにくい構造とすることが好ましい。このためたとえば図7に示すような縦型の反応室が用いられる。図7は、一般的な縦型の反応室の構造を示すものである。

【0061】図7を参照する。反応室11はアウターチューブ12とベースプレート13、及びローダー14から気密に構成され、ガス供給口15及び排気口15は反応室11の下部に位置している。基板17を装填した搬送ポート18に対して反応ガスを安定して均一に供給するために、インナーチューブ19を具備した構造を採っている。ここで、 $Ta_2O_5$  薄膜形成における前記問題点の原因として想定した、反応ガスが吸着する部位として、圧倒的な面積を占めるアウターチューブ12とインナーチューブ19の表面が考えられる。

【0062】ここで、装置待機後の最初の作業でのみ、反応ガスが反応室内表面に吸着する理由を考える。実際に上記構造のCVD装置にて $Ta_2O_5$  薄膜を成膜する際、反応室11は図7の加熱手段20であるヒーターで全体が加熱される。このようなホットウォールタイプの構造であるため、反応室内表面にも反応物が堆積する。また前述のように、装置待機時間の炉内の雰囲気は従来技術にあっては減圧下にあり、連続作業を行った場合の、待機後の最初の作業と2回目以降の作業との相違点は、 $Ta_2O_5$  薄膜成膜後から、次の成膜までに反応室を減圧下においた時間である。

【0063】以上のことから、前記問題点が発生するメカニズムを、以下のように考える。反応室を減圧下に保持することで、反応室の内表面に堆積した反応物が脱離する。この脱離の仕方は、反応室内を減圧下に放置した時間に依存すると考えられる。厳密には、反応室内の真空度にも依存するが、装置待機状態では通常、一定の真空度に保たれているので、考慮しなくて差し支えない。

【0064】ここで、反応室内表面に堆積した反応物について考える。反応室に供給されるガスは、 $Ta$ を含む反応ガス（本例では $Ta(OC_2H_5)_5$ ）と $O_2$ であり、場合によって $N_2$ 等の不活性ガスが供給されることがあり、堆積物はこれらから構成されているものである。反応室に堆積している反応物は、複数の原子が結合しており、反応物の脱離は、反応室内表面で均質に進行するとは考えにくい。このとき、前記減圧下での脱離は各原子で均等に進行するものではなく、原子の種類に依存すると考えられる。これに対する対策として、この反応物の脱離を低減することが有効である。よって前記実

施の形態例1のように装置の待機時間に反応室を大気圧に保持することが、成膜特性の安定化に有効となったと考えられる。さらに上記メカニズムから考えて、成膜特性の安定化を図る他の手段を開発できる。

【0065】前述のように、反応物の脱離がその構成原子に依存して選択的に進行すると考えると、減圧下に保持したことで脱離が生じた後の反応室内表面に堆積している物質は、その脱離により不安定になっていると考えられる。であれば、この脱離した物質を $Ta_2O_5$ 薄膜形成前に補うことで、成膜特性の改善が達成できる。反応室内に被処理基板を挿入した後に $Ta$ を含む原料ガスを導入することは、パーティクル等の観点から、避けたほうがよい。ここでは、 $Ta_2O_5$ 薄膜形成前に、 $O_2$ を単独で導入する形態で実施した。この場合に確認した成膜特性を、図5に示す。図5は、前記説明した図4や、図8と対応するものであり、同様に実施して測定した結果である。

【0066】具体的には本例では、従来の、被処理基板が反応室に挿入されて薄膜形成を行う成膜工程について、その実際に成膜を行う工程の前に、反応室内に $O_2$ を単独で導入する工程を20分間付加した場合の結果である。 $O_2$ は半導体装置製造の際に用いる工業的に純粋な、乾燥 $O_2$ を用いた。 $O_2$ 流量は、 $O_2$ 導入による効果を高めるためにはその流量が大きいほどよいのではあるが、真空度を維持する必要があるので、1SLM以下が好ましい。ここではおよそ1SLMとした。

【0067】この $O_2$ 単独導入の工程は、上記考察に基づき、反応室内表面から脱離した反応物を補うためのものである。よって、 $O_2$ に限らず、反応室内表面から脱離した反応物を補うガスであれば、効果が示される。また、その導入時間は、適宜装置の仕様や使用状況を考慮して設定してよいものであり、20分に限定されるものではない。この処理時間は、5分以上120分以内で行うことが好ましい。通常条件では、5分未満では導入の効果が十分とは言えず、120分を超える処理は生産性の点で不利であるとともに効果が必ずしもそれに比べて大きくなるとは限らないので、効果と実用性の両面に鑑みて、この範囲とするのが好ましいのである。

【0068】減圧CVD装置については、温度の安定に時間を要する。よって、実際に成膜を行う工程の前に、温度を安定化する工程が通常行われるので、この温度安定化工程の時に $O_2$ 導入を行うことにより、生産性を高めることができる。温度安定化工程の時間に $O_2$ 導入を兼ねることで、 $O_2$ 導入のために特に時間を割く必要がなくなり、生産性が高まる。すなわち、被処理基板を反応室に挿入した後に、特に温度安定化工程のときに、この $O_2$ 導入を行うことが好ましい。

【0069】上記のように、反応室内表面から脱離した反応物を補うガスであれば、導入ガスは $O_2$ に限られないが、 $O_2$ 導入によって図5に示した顕著な効果が見ら

れ、 $O_2$ 導入が好ましい態様であることがわかる。

### 【0070】実施の形態例3

この実施の形態例は、同様に半導体装置の製造において、その容量素子の誘電体として $Ta_2O_5$ 薄膜を形成する場合について、図1に示した形態で本発明を適用したものである。すなわちここでは、装置の待機時間に $O_2$ を単独で導入して大気圧下に保持するとともに、 $Ta_2O_5$ 薄膜成膜前に、 $O_2$ を反応室に導入したものである。すなわちこの例は、上記実施の形態例1（ただしここでは装置の待機時を大気圧下に保持するガスとして $N_2$ ではなく $O_2$ を使用）と、実施の形態例2とをともに行ったものである。この実施の形態例により、実施の形態例2と同等、またはさらに堆積速度と基板面内膜厚均一性が向上した結果が得られた。

【0071】上記した各実施の形態例は、ホットウォールタイプの減圧CVD装置による高融点金属の酸化物形成について汎用的に安定した成膜特性を得ることができる技術であって、パッチ式、または縦型等の装置形態に限定されるものではない。枚葉式装置についても、同等の効果が得られる。

【0072】上述した各実施の形態例にあつては、ホットウォールタイプの減圧CVD装置により高融点金属の酸化物を形成する場合に、特に、有効な材料である $Ta_2O_5$ を成膜する場合に、生産性を悪化させることなく、安定した成膜特性を得ることが可能になった。これにより、高融点金属の酸化物、特に $Ta_2O_5$ 薄膜を採用する電子材料、たとえばこれを誘電体膜として採用する容量素子の特性のばらつきを抑制でき、その特性の集中性を向上が実現された。

### 【0073】

【発明の効果】上述したように、本発明によれば、生産性を確保しつつ、成膜特性を改善して製品における特性のばらつき（たとえば製品における容量素子の特性のばらつき）が抑制でき、製品の特性の集中性を向上できるCVD装置及び半導体装置の製造方法を提供することができた。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の好ましい実施の形態例を示すフロー図である。

【図2】 本発明の好ましい実施の形態例を示すフロー図である。

【図3】 本発明の好ましい実施の形態例を示すフロー図である。

【図4】 本発明の実施の形態例1の作用を示す図である。

【図5】 本発明の実施の形態例2の作用を示す図である。

【図6】 成膜に使用するホットウォールタイプの減圧CVD装置の概略構成を示す図である。

【図7】 減圧CVD装置の縦型反応室の一般的な構造



を示す図である。

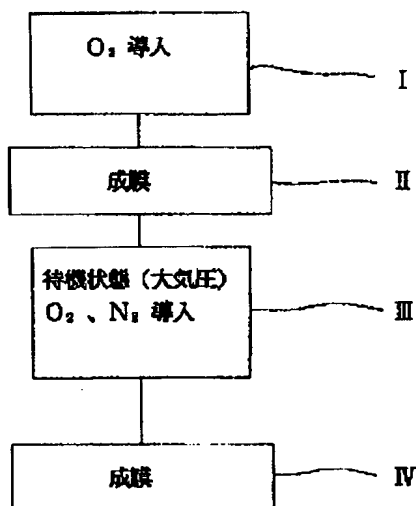
【図8】 従来技術の問題点を示す図である。

【符号の説明】

I・・・(成膜工程前の)  $O_2$  導入工程、II・・・成膜工程、III・・・装置待機状態での大気圧保持工程、IV・・・(次の)成膜工程。

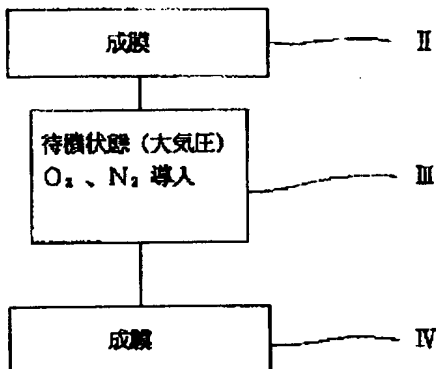
【図1】

好ましい実施の形態



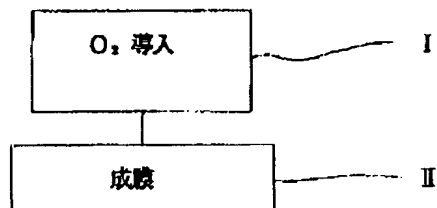
【図2】

好ましい実施の形態



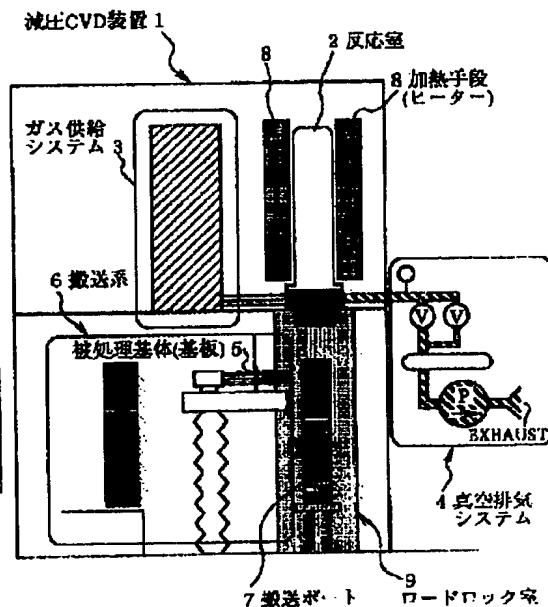
【図3】

好ましい実施の形態



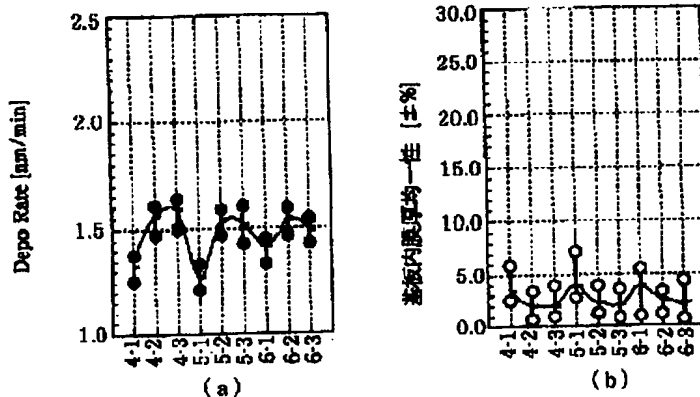
【図6】

ホットウォールタイプの減圧CVD装置の概略構成



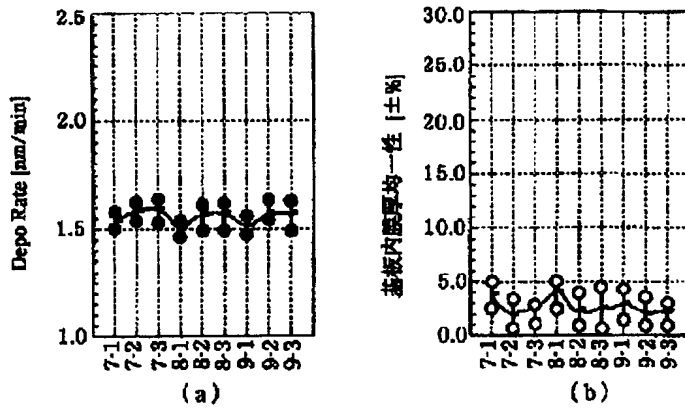
【図4】

実施の形態例1における成膜特性  
(装置待機状態を大気圧にした場合の $Ta_2O_5$ 成膜特性)



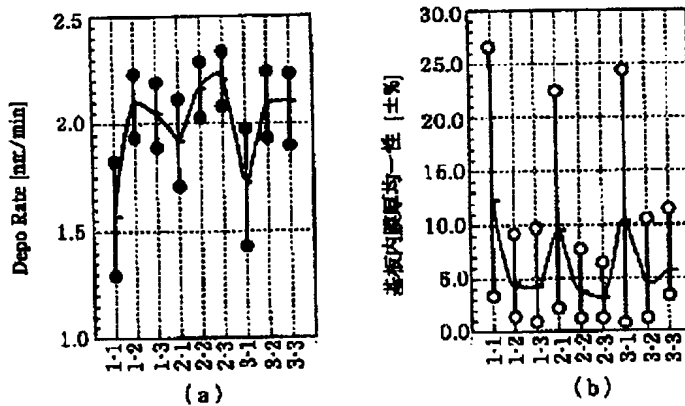
【図5】

実施の形態例2における成膜特性  
( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 成膜工程前に $\text{O}_2$ パージを行った場合の $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 成膜特性)



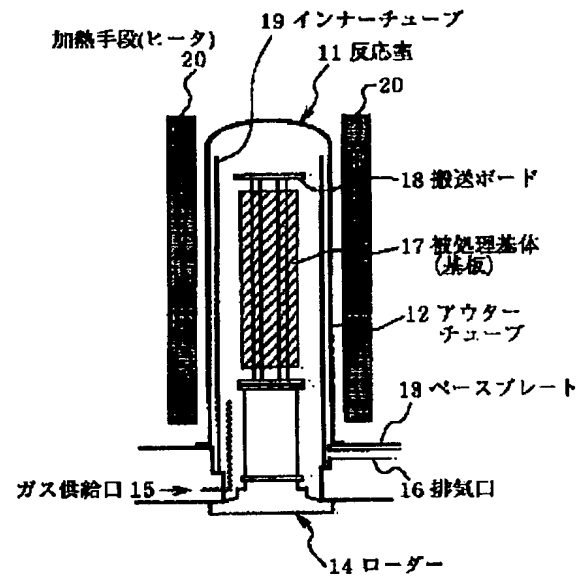
【図8】

従来技術における $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 成膜特性



【図7】

縦型反応室の構造



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード(参考)

H 0 1 L 21/822

H 0 1 L 27/10

6 5 1

// H 0 1 L 27/108

21/8242

Ｆターム(参考) 4K030 AA11 AA14 AA18 BA17 BA42  
BB11 CA14 DA03 DA06 EA03  
FA10 KA05  
5F038 AC15 DF05 EZ14  
5F045 AA06 AB31 AC11 BB01 BB08  
BB16 DP19 EB11 EC02 EC05  
EE13 EE18  
5F058 BA11 BC03 BE10 BF04 BF27  
BF29 BG01 BH20  
5F083 AD15 AD21 JA06 PR21